

DERWENT-ACC-NO: 1998-608206

DERWENT-WEEK: 199851

COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Refining aluminium and its alloys
to remove alkaline metals,
hydrogen and non-metal inclusions
comprises adding fluorine salts
of titanium and boron into flux
used to treat melt

INVENTOR: KONONOV M V; LIPINSKII L P ; SHUSTEROV
S V

PATENT-ASSIGNEE: ALUMINIUM MAGNESIUM INST STOCK CO
[ALUMR] , VOLG ALUMINIUM STOCK CO
[VLALR]

PRIORITY-DATA: 1997RU-105498 (April 4, 1997)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
RU 2112065 C1	May 27, 1998	RU

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
RU 2112065C1	N/A	1997RU-105498	April 4, 1997

INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC DATE
CIPS	C22B21/06 20060101
CIPS	C22B9/10 20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: RU 2112065 C1

BASIC-ABSTRACT:

Refining aluminium and its alloys includes treatment of a continuous stream of a melt by means of fluxes containing alkaline metal chlorides and fluorides and simultaneously stirring and separating the metal from the reaction products. Fluorine salts of titanium and boron are introduced into the flux in a ratio of 7-9:3-1 to the alkaline metal chlorides and fluorides. The melt is stirred at a speed which is 20-30 times higher than the speed of the melt stream. The flux is introduced into a vortex funnel produced by the stirrer at a depth which is equal to 0.3-0.4 that of the depth of immersion of the stirrer.

USE - The process is for the removal of alkaline metals, hydrogen and non-metal inclusions from aluminium and its alloys.

ADVANTAGE - Productivity is increased, metal loss and flux consumption are reduced and the alloy quality is improved.

TITLE-TERMS: REFINE ALUMINIUM ALLOY REMOVE
ALKALINE METAL HYDROGEN NON
INCLUSION COMPRISE ADD FLUORINE SALT
TITANIUM BORON FLUX TREAT MELT

DERWENT-CLASS: M25

CPI-CODES: M25-F; M25-G01;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 1998-182238



(19) **RU** (11) **2 112 065** (13) **C1**
(51) МПК⁶ **C 22 B 21/06, 9/10**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 97105498/02, 04.04.1997

(46) Дата публикации: 27.05.1998

(56) Ссылки: 1. Курдюмов А.В., Инкин С.В. и др.
Металлические примеси в алюминиевых
сплавах. - Metallurgia, 1988, с.132 - 136.
2. SU, авторское свидетельство СССР N
1688595, C 22 B 21/06, 1996.

(71) Заявитель:

Акционерное общество открытого типа
"Волгоградский алюминий",
Акционерное общество открытого типа
"Всероссийский алюминиево-магниевый
институт"

(72) Изобретатель: Кононов М.П.,
Липинский Л.П., Шустеров С.В., Паленко
А.И., Шеметев Г.Ф., Васильев В.А., Оскольских
А.П., Кузнецов С.С., Чупалова Т.А.

(73) Патентообладатель:

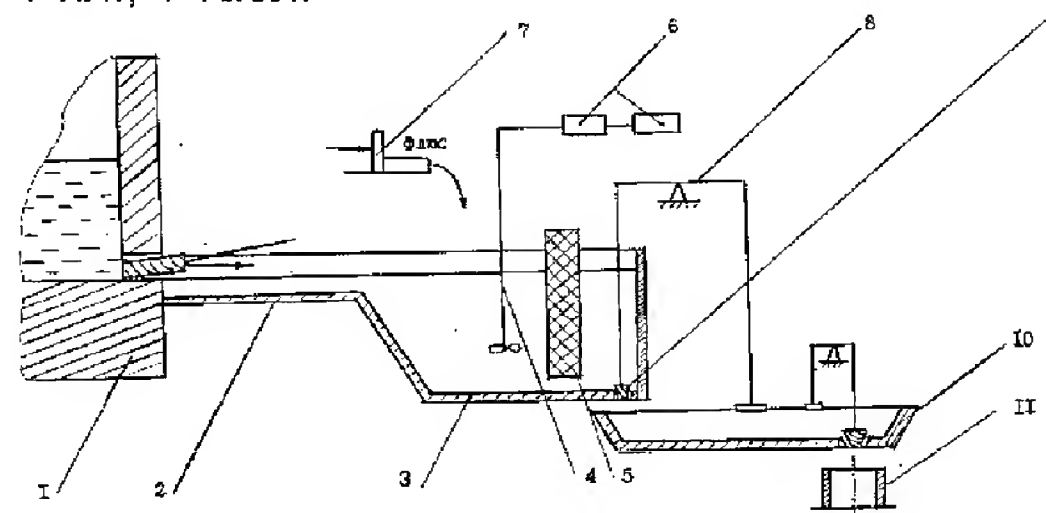
Акционерное общество открытого типа
"Волгоградский алюминий",
Акционерное общество открытого типа
"Всероссийский алюминиево-магниевый
институт"

(54) СПОСОБ РАФИНИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЯ И СПЛАВОВ НА ЕГО ОСНОВЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к рафинированию
алюминиевых расплавов от примесей,
например, щелочных металлов, водорода и
неметаллических включений. Техническим
результатом является повышение
производительности процесса, снижение
потерь металла и расхода флюса за счет его
введения на стадии разлива и повышение
качества готового сплава за счет достижения
дополнительного эффекта -
модифицирования. Это решено тем, что при
обработке непрерывного потока расплава
флюсами, содержащими хлориды и фториды
щелочных металлов, при одновременном его
перемешивании мешалкой и отделении
металлов от продуктов реакций в состав
флюсов вводят фторсоли титана и бора в
соотношении к хлоридам и фторидам
щелочных металлов (7 - 9):(3 - 1), при этом
расплав перемешивают со скоростью в 20-30
раз больше скорости потока расплава, а
флюс вводят в вихревую воронку,
образованную мешалкой, при ее глубине,

равной 0,3-0,4 глубины погружения мешалки в
расплав. Степень рафинирования расплава
повышается в среднем: по оксидным
включениям - на 50%, по водороду - почти на
60%, по натрию - практически на уровне
ближайшего аналога. Более чем на порядок
уменьшается размер макростружки, что
позволяет прогнозировать повышение
физико-механических свойств сплава. Расход
флюса снижается. При этом увеличивается
производительность процесса в целом,
поскольку не требуется дополнительных
затрат времени на рафинирующую обработку.
1 ил., 1 табл.





(19) **RU** (11) **2 112 065** (13) **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **C 22 B 21/06, 9/10**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 97105498/02, 04.04.1997

(46) Date of publication: 27.05.1998

(71) Applicant:
Aksionernoe obshchestvo otkrytogo tipa
"Volgogradskij aluminij",
Aksionernoe obshchestvo otkrytogo tipa
"Vserossijskij aluminievo-magnievij institut"

(72) Inventor: Kononov M.P.,
Lipinskij L.P., Shusterov S.V., Palenko
A.I., Shemetev G.F., Vasil'ev V.A., Oskol'skikh
A.P., Kuznetsov S.S., Chupalova T.A.

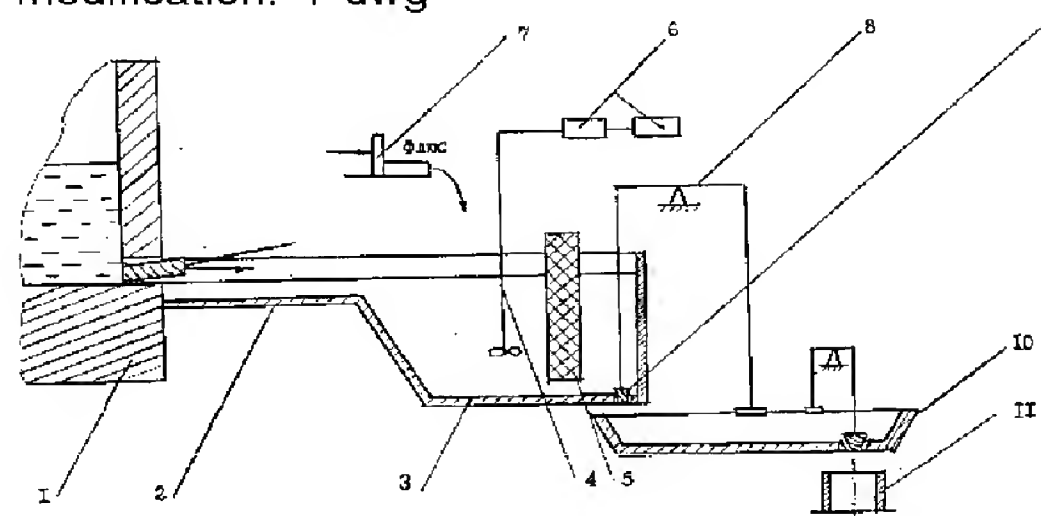
(73) Proprietor:
Aksionernoe obshchestvo otkrytogo tipa
"Volgogradskij aluminij",
Aksionernoe obshchestvo otkrytogo tipa
"Vserossijskij aluminievo-magnievij institut"

(54) **METHOD OF REFINING OF ALUMINUM AND ALUMINUM-BASE ALLOYS**

(57) Abstract:

FIELD: refining of aluminum melts from impurities, for instance, from alkali metals, hydrogen and nonmetallic inclusions. SUBSTANCE: the offered method includes treatment of continuous flow of melt with fluxes containing chlorides and fluorides of alkali metals with its simultaneous mixing by mixer and separation of metal from reaction products, introduction into fluxes of titanium and boron fluorides with relation to chlorides and fluorides of alkali metals in ratio of (7-9):(3-1). In so doing, melt is mixed at the rate exceeding that of melt flow by a factor of 20-30 and flux is introduced into vertex funnel formed by mixer when its depth equals 0.3-0.4 of depth of mixer submersion into melt. Refining degree rises: with respect to oxide inclusions, by 50%; hydrogen, about 60%; sodium, practically, at the level of nearest analog. Size, of micrograin reduces by more than one order of magnitude that makes it

possible to prognosticate improvement of physical and mechanical properties of alloy. Consumption of flux reduces, and productivity of process, as a whole, increases as there is no additional expenditure of time for refining treatment. EFFECT: higher productivity of the process, reduced losses of metal and consumption of flux due to its introduction at the stage of teeming, and higher quality of ready alloy due to achievement of additional effect of modification. 1 dwg



Изобретение относится к цветной металлургии, конкретно к рафинированию алюминиевых расплавов от примесей, например, щелочных металлов, водорода, неметаллических включений.

Известен способ рафинирования алюминия, заключающийся во вдувании в расплав инертным газом флюсов различного состава (хлоридов натрия и калия, четыреххлористого углерода, гексахлорэтана) (см. Курдюмов А.В., Инкин С.В., Чулков В.С., Шадрин Г.Г. Металлические примеси в алюминиевых сплавах. - М.: Металлургия, 1988, с. 132 - 136). Показано, что введение в расплав 2 кг на 1 т алюминия порошка гексахлорэтана в смеси с азотом позволяет снизить содержание натрия до 0,0004%. Установлено также, что наиболее высокие механические свойства имеют полуфабрикаты, полученные из металла, рафинированного смесью аргона с четыреххлористым углеродом. Флюсы эффективнее применять в сочетании с продувкой активными газами, которым принадлежит основная роль в очистке расплава от примесей: флюсы же преимущественно улавливают продукты взаимодействия газа с расплавом и неметаллические включения.

Основные недостатки этого способа состоят в том, что здесь процесс рафинирующей обработки расплава осуществляется в печи либо в ковше и требует заметных затрат времени, при этом достигнутые результаты рафинирования могут ощутимо быть снижены (особенно по водороду и неметаллическим включениям) из-за того, что в процессе разлива готового сплава металл способен как окисляться, так и загрязняться водородом и неметаллическими включениями. Кроме того, указанные составы используемых флюсов не способны оказывать модифицирующего воздействия на алюминий и его сплавы.

Наиболее близким по технической сущности заявляемому способу является способ рафинирования алюминия и его сплавов, состоящий в том, что на поверхность расплава в емкости загружают флюс, содержащий фториды и/или хлориды алюминия и щелочных металлов, осуществляют механическое перемешивание расплава в течение определенного времени, необходимого для снижения концентрации примесей до заметного уровня, съем шлака, при этом перемешивание ведут с числом оборотов, равным 1,0 - 1,2 от определяющего числа оборотов мешалки, а центр рабочей части мешалки находится от нижней границы расплава на расстоянии, равном 0,1 - 0,2 высоты расплава (авт.св. СССР N 1688595, кл. С 22 В 21/06, 9/10, 1995).

Главные недостатки этого способа заключаются в том, что рафинирование, как и в предыдущем способе, производится в стационарной емкости (ковше), что приводит к затратам времени и насыщению расплава водородом и окисными включениями на последующих технологических стадиях процесса приготовления готового металла. Кроме того, используемые составы флюсов не содержат компонентов, которые в дальнейшем смогли бы оказать влияние на модифицирование структуры готового материала.

Техническая задача изобретения - повышение производительности процесса, снижение потерь металла и расхода флюса, повышение качества готового сплава за счет достижения дополнительного эффекта - модифицирования.

Техническая задача решается тем, что в известном способе рафинирования и его сплавов, включающем обработку непрерывного потока расплава флюсами, содержащими хлориды и фториды щелочных металлов, при одновременном его перемешивании мешалкой и отделении металла от продуктов реакций в состав флюсов вводят фторсоли титана и бора в соотношении (7 - 9) : (3 - 1), при этом расплав перемешивают со скоростью в 20 - 30 раз больше скорости потока металла, а флюс вводят в вихревую воронку, образованную мешалкой, при ее глубине равной 0,3 - 0,4 глубины погружения мешалки в расплав.

Сущность изобретения заключается в том, что при введении в алюминий в качестве флюса фторбората и фтортитаната калия протекает реакция, которая экзотермична и смещается вправо во всем интервале температур, в результате образуются модифицирующие титан- и борсодержащие интерметаллиды (TiB_2 и Al_3Ti) и газообразный фторид алюминия, активно удаляющий примеси щелочных металлов по прямой химической реакции с ними (например, $AlF_3 + Na \rightarrow 3NaF + Al$), а также взвешенные включения и водород соответственно за счет флотации и диффузии (Бондарев Б.И., Напалков В.И., Тарарышкин В.И. Модифицирование алюминиевых деформируемых сплавов. - М.: Металлургия, 1979).

Для описанного процесса интенсивное перемешивание является фактором необходимым, поскольку для эффективного протекания указанных реакций требуется постоянный массообмен между фазами. Интенсивность перемешивания расплава в реакционной зоне, усиливаемая тем, что процесс обработки осуществляется в потоке металла на стадии разлива, обеспечивается установленной скоростью перемешивания металла в зависимости от скорости потока и подачей флюса в определенный участок расплава.

Выбранные параметры лимитируются следующими факторами. Проведенными экспериментами установлено, что в случае, когда соотношение фторсолей титана и бора и хлоридов и фторидов щелочных металлов выбиралось ниже 7 : 3, обеспечивалась приемлемая степень рафинирования расплава от примесей, но не достигался необходимый модифицирующий эффект; в случае, когда это соотношение превышало 9 : 1, не было получено результатов с повышенным рафинирующе-модифицирующим эффектом по сравнению с тем, что имел место при соотношении компонентов флюса (7 - 9) : (3 - 1).

Для краткости изложения введем следующие обозначения:

$$V_2 = (20 - 30)V_1 \text{ и } h = (0,3 - 0,4)H,$$

где

V_1 - скорость потока металла в разливочном желобе, м/с;

V_2 - скорость перемешивания потоков

металла в рабочей зоне мешалки, м/с;

h - углубление центральной вихревой воронки, м;

H - глубина погружения мешалки в металл, м.

Установлено, что при выборе $V_2 < 20V_1$ часть флюса не успевает использоваться по назначению (т. е. отреагировать с алюминием), вследствие чего не обеспечивается достижение необходимой степени удаления примесей и ожидаемого модифицирующего эффекта. Когда же $V_2 > 30V_1$, не происходит улучшения качественных показателей, которые достигаются при условии $V_2 = (20 - 30)V_1$.

При выборе $h < 0,3H$ имеют место непроизводительные потери флюса из-за частичной возгонки, вызываемой снижением скорости его замешивания в расплав, что в дальнейшем снижает и модифицирующий эффект из-за потерь потенциальных центров кристаллизации в них титан- и борсодержащих интерметаллидов; когда же $h > 0,4H$, то может произойти обнажение рабочей части мешалки, вследствие чего увеличиваются потери металла на окисление, а также дополнительное загрязнение расплава водородом и оксидными включениями.

При выборе значения скорости течения металла в разливочном желобе (V_1) при литье слитков из алюминия и его сплавов использованы известные рекомендации (Плавка и литье алюминиевых сплавов. /Справочное руководство под редакцией В.И. Добаткина. - М.: Металлургия, 1970, с. 176 - 224). Скорость перемешивания металла V_2 (скорость движения потоков в рабочей зоне мешалки) определяли по известной методике (Шустеров В.С. Исследование и разработка способа интенсификации процессов приготовления сплавов на основе алюминия-сырца, диссертация на соиск. уч. степени к.т.н., Л., 1981, с. 46 - 57).

Способ испытан в промышленных условиях и осуществляется следующим образом.

На чертеже показан разрез печи в зоне летки с установкой для рафинирования.

Из газовой отражательной печи 1 вместимостью 25000 кг жидкий алюминий марки А6 выпускается в разливочный желоб 2 (где $V_1 = 0,0015$ м/с), на котором смонтирована установка для рафинирования, представляющая футерованную емкость 3 с внутренними размерами 50 (длина) • 20 (ширина) • 30 (глубина) см вместимостью 70 кг, разделенную перегородкой 5 на две камеры; попадая в первую из них (ее вместимость составляет 2/3 объема емкости 3, т.е. 46 кг), расплав подвергается флюсовой рафинирующей обработке, заключающейся в том, что в расплав погружается мешалка 4, приводимая в движение приводом 6 до получения скорости перемешивания $V_2 = 0,030$ м/с ($V_2 = 20V_1$), а в углубление образующейся центральной вихревой воронки, равное 0,3 глубины погружения мешалки (при $H = 12$ см обычно эта величина составляет приблизительно 0,2 - 0,4 глубины расплава $h = 0,3 \cdot 12 = 3,6$ см), с помощью шнекового механизма 7 вводится флюс, состоящий из смеси ($KBF_4 + K_2TiF_6$) и ($NaCl + NaF$) в соотношении 7 : 3;

обработанный металл перетекает во вторую камеру (вместимостью 24 кг), после заполнения которой с помощью "коромысла" 8 и стопора 9 он подается в литейный желоб 10 и далее в кристаллизатор 11.

5 Исходное содержание примесей в алюминиевом расплаве и характеристика макроструктуры (размер зерна) в пробах, отобранных до камеры рафинирования:

10 Неметаллических включений (Al_2O_3) по химическому анализу - 0,020%

Водорода - 0,22 см³/100 г

Натрия - 0,0025%

Размер зерна в отливке, определяемый методом секущих - 3,5 мм

15 (Бондарев Б.И. и др. Модифицирование алюминиевых деформируемых сплавов, с. 181).

Содержание примесей и размер зерна в пробах, отобранных после рафинирующей обработки:

20 Неметаллических включений - 0,004%

Водорода - 0,06 см³/100 г

Натрия - 0,0001%

Размер зерна - 0,3 мм

25 Из приведенных данных видно, что достигается весьма высокая степень рафинирования расплава от примесей (определяемая по формуле

$$K = \frac{C_0 - C}{C_0} \cdot 100 \%, \quad \text{где } C_0 \text{ и } C -$$

30 исходное и конечное содержание примесей в расплаве соответственно): по неметаллическим включениям - около 73%, по натрию 92%. При этом размер макрозерна уменьшился более чем в 10 раз, а его величина позволяет отнести это зерно к мелким равноосным кристаллам (Там же, с. 181).

35 Заявляемый способ исследовался также с запредельными и предельными значениями выбранных параметров. Исследовался и известный способ (прототип).

40 Результаты исследований приведены в таблице.

Из данных таблицы следует, что наиболее высокие показатели процесса рафинирования достигаются при использовании заявляемого способа и соблюдении выбранных параметров процесса. Так, степень рафинирования расплава в сравнении со способом-прототипом повысилась в среднем: по оксидным включениям - на 50%; по водороду - почти на 60%; по натрию - практически на уровне прототипа. При этом более чем на порядок уменьшился размер макрозерна, что позволяет прогнозировать повышение физико-механических свойств сплава. Расход флюса снизился на 25%. Кроме того, при использовании заявляемого способа повышается производительность процесса в целом, поскольку здесь не требуется дополнительных затрат времени на рафинирующую обработку (она осуществляется во время разливки металла), а в способе-прототипе - это отдельная (внепечная) операция. Следствием этого является также снижение безвозвратных потерь компонентов расплава.

Формула изобретения:

Способ рафинирования алюминия и сплавов на его основе, включающий обработку непрерывного потока расплава

RU 2 1 1 2 0 6 5 C 1

флюсами, содержащими хлориды и фториды щелочных металлов, при одновременном его перемешивании мешалкой и отделение металла от продуктов реакций, отличающийся тем, что в состав флюса вводят фторсоли титана и бора в соотношении к хлоридам и фторидам щелочных металлов 7 - 9 : 3 - 1,

при этом расплав перемешивают со скоростью в 20 - 30 раз больше скорости потока металла, а флюс вводят в вихревую воронку, образованную мешалкой, при ее глубине, равной 0,3 - 0,4 глубины погружения мешалки в расплав.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

RU ? 1 1 2 0 6 5 C 1

Таблица

№№ опытов	Скорость перемешивания расплава в зоне рабочей части мешалки в зависимости от скорости потока металла, м/с	Величина углубления центральной вихревой воронки в зависимости от глубины погружения мешалки, см	В составе флюса отношение фтор соли титана и бора к хлоридам и фторидам	Расход флюса, кг/т	Содержание примесей в расплаве после рафинирования			Размер макро-зерна, мм
					Al ₂ O ₃ , %	H ₂ , см ³ /100 г	Na, %	
Известный способ (прототип)								
1	-	-	-	1,6	0,010	0,14	0,0001	2,0
2	-	-	-	1,8	0,008	0,12	0,0008	1,8
Заявляемый способ								
3	V ₂ =18 V ₁ =0,027	h=0,35 H=4,25	-	1,5	0,006	0,11	0,0003	0,4
4	V ₂ =20 V ₁ =0,03	- "	-	1,4	0,004	0,06	0,0002	0,3
5	V ₂ =25 V ₁ =0,0375	- "	7:3	1,3	0,004	0,05	0,0001	0,2
6	V ₂ =30 V ₁ =0,045	- "	-	1,3	0,005	0,06	0,0001	0,3
7	V ₂ =35 V ₁ =0,0525	- "	-	1,4	0,004	0,06	0,0002	0,2
8	V ₂ =25 V ₁ =0,0375	h=0,25 H=3,0	-	1,4	0,006	0,10	0,0003	0,5
9	- "	h=0,3 H=3,6	-	1,3	0,004	0,06	0,0002	0,2
10	- "	h=0,35 H=4,25	7:3	1,3	0,004	0,06	0,0001	0,2
11	- "	h=0,4 H=4,8	-	1,4	0,005	0,05	0,0001	0,3
12	- "	h=0,45 H=5,45	-	1,4	0,007	0,11	0,0004	0,5
13	V ₂ =25 V ₁ =0,0375	h=0,35 H=4,25	6:4	1,4	0,007	0,11	0,0003	0,6
14	- "	h=0,35 H=4,25	8:2	1,3	0,004	0,06	0,0002	0,2
15	- "	- "	9:1	1,2	0,004	0,05	0,0001	0,1
16	- "	- "	9,5:0,5	1,5	0,005	0,012	0,0003	0,4

Примечание. Содержание примесей и размер зерна в пробах, отобранных до рафинирования, соответствовал тем значениям, которые приведены в примере конкретного выполнения способа